

2018

Identification of pyriditol in oil extract garlies method of high-efficient chromato-mass- spectrometry

N.K Olimov
Tashkent Pharmaceutical Institute

A.A Muxitdinov
Tashkent Pharmaceutical Institute

S.N Aminov
Tashkent Pharmaceutical Institute

Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/farjur>

Recommended Citation

Olimov, N.K; Muxitdinov, A.A; and Aminov, S.N (2018) "Identification of pyriditol in oil extract garlies method of high-efficient chromato-mass-spectrometry," *Pharmaceutical journal*: Vol. 1 : Iss. 1 , Article 4.
Available at: <https://uzjournals.edu.uz/farjur/vol1/iss1/4>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Pharmaceutical journal by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact brownman91@mail.ru.

ФАРМАЦЕВТИК КИМЁ

УДК 615.015

Н.К. Олимов, А.А. Мухитдинов, С.Н. Аминов, А.Б. Солиев, А.Д. Матчанов

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПИРИДИТОЛА В МАСЛЯНОМ ЭКСТРАКТЕ ЧЕСНОКА МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

*Разработан метод определения пиридитола в составе масляного экстракта чеснока *Allium sativum* L. с применением ультра высокоэффективной жидкостной хромато-масс-спектрометрии. Изучен масс-спектрометрический распад молекулы пиридитола.*

Ключевые слова: масляный экстракт, пиридитол, идентификация, стандартизация, хромато-масс спектрометрия.

Поиск новых лекарственных препаратов на основе растительных сырьевых источников является актуальной проблемой. Чеснок (*Allium sativum* L.), обладающий уникальными целебными свойствами и успешно используемый в народной медицине, представляет интерес в фармации главным образом благодаря содержанию в своем составе широкого спектра фармакологических активных соединений [1-3].

Пиридитол (бисульфидное соединение витамина В₆) известен как вещество обладающий ноотропной активностью со сложным спектром психотропной активности, который усиливает эффекты фенамина, вместе с тем уменьшает спонтанную двигательную активность, пролонгирует снотворное действие барбитуратов, усиливает противосудорожное действие фенобарбитала, но не имеет В₆-витаминную активность.

Анализ литературных данных по превращению аллина в тканях чеснока [4] допускает взаимодействие активных интермедиатов содержащих органическую серу с компонентами тканей, включая витамина группы В.

Учитывая изложенное, целью данного исследования является поиск масс-спектральных ионов пиридитола, которого образуется в масляном экстракте полученного из чеснока (*Allium sativum* L.) сорта «Южный фиолетовый», способом мацерации.

Материалы и методы исследования

Исследованный масляный экстракт был получен из чеснока (*Allium sativum* L.) сорта «Южный фиолетовый», заготовленный в Ташкентской области, способом мацерации и изучен по методикам, изложенным в Государственной фармакопее XI издания [5, 6]. Полученный экстракт представляет собой жидкость красно-желтого цвета с характерным чесночным запахом и вкусом. В литературе описаны методы получения экстрактов на основе растительных масел, в частности чесночного масла [7-8].

Исходя из вышеизложенного, нами были

проведены работы по извлечению экстрактивных веществ из состава масляного экстракта, методом трехкратной экстракции 96% этанолом (10:1). Этанолный экстракт от масляной части отделяли с помощью делительной воронки. Экстракт концентрировали на ротаторном испарителе при температуре 65-70°C и растворяли ацетонитрилом.

Ацетонитрильный экстракт исследовали методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии - масс спектрометрии (УВЭЖХ-МС/МС).

УВЭЖХ анализы проводились с использованием хроматографа Ultimate 3000, Thermo Fisher Scientific (США), снабженного автоматическим пробоотборником, колонкой Hypersil GOLD aQ 100 мм x 2.1 мм, 1.9 мкм, в качестве подвижной фазы использовали ультрачистую воду, подкисленную 0,01% муравьиной кислотой (А) и ацетонитрил (В) при скорости потока 0,1 мл/мин.

Хроматографические условия были подобраны следующим образом:

Подвижная фаза (градиент ацетонитрил):

0,5 мин 0% В;

0,5-10 мин 60% В;

10-12 мин 85% В;

12-13 мин 90% В;

13-14 мин 0% В;

Температура колонки 35°C.

Масс-спектрометрию с ионизацией электронным ударом (HESI-II), при мониторинге отрицательных ионов проводили в следующих условиях:

Спрей напряжение – 4000 V,

Температура испарителя – 250 °C,

Давление газа оболочки – 20 psi,

Давление вспомогательного газа – 10 psi ;

Температура капилляра – 100 °C;

Давление столкновения – 1.5 mTorr;

Энергия ионизации – 20 eV.

В качестве стандарта был использован пиридитол производства Sigma (США).

Результаты и обсуждение

Пиридитол — бис-(2-метил-3-окси-4-окси-метилпиридил-5-метил)-дисульфида дигидрохлорид, содержащий в своей молекуле один дисульфидный мостик, с молекулярной массой 368,473 а.е.м. По литературным данным, пиридитол не содержится в составе растения *Allium sativum* L. Получен масляный экстракт растения и из маслянистого состава произведена трехкратная экстракция этанолом. Пиридитол в своей молекуле содержит два остатка пиридина, которые связаны между собой дисульфидным мостиком.

Масс-спектрометрический распад молекулы пиридитола (рис.1 и 2) показал, что кроме основного квазимолекулярного иона с m/z 367,49 [M-H]⁻ образуется, молекулярный фрагмент m/z 182,28 соответствующий пиридиновой части молекулы. Также наблюдается образование иона m/z 349,5 соответствующий оксиклической форме молекулярного иона пиридитола с расщеплением одной молекулы воды.

Таким образом, сравнительные данные анализа УВЭЖХ МС/МС стандартного образца пиридитола и масляного экстракта *Allium sativum* L. показали, что в составе масляного экстрак-



Рис 1. Масс-спектрометрический распад молекулы пиридитола

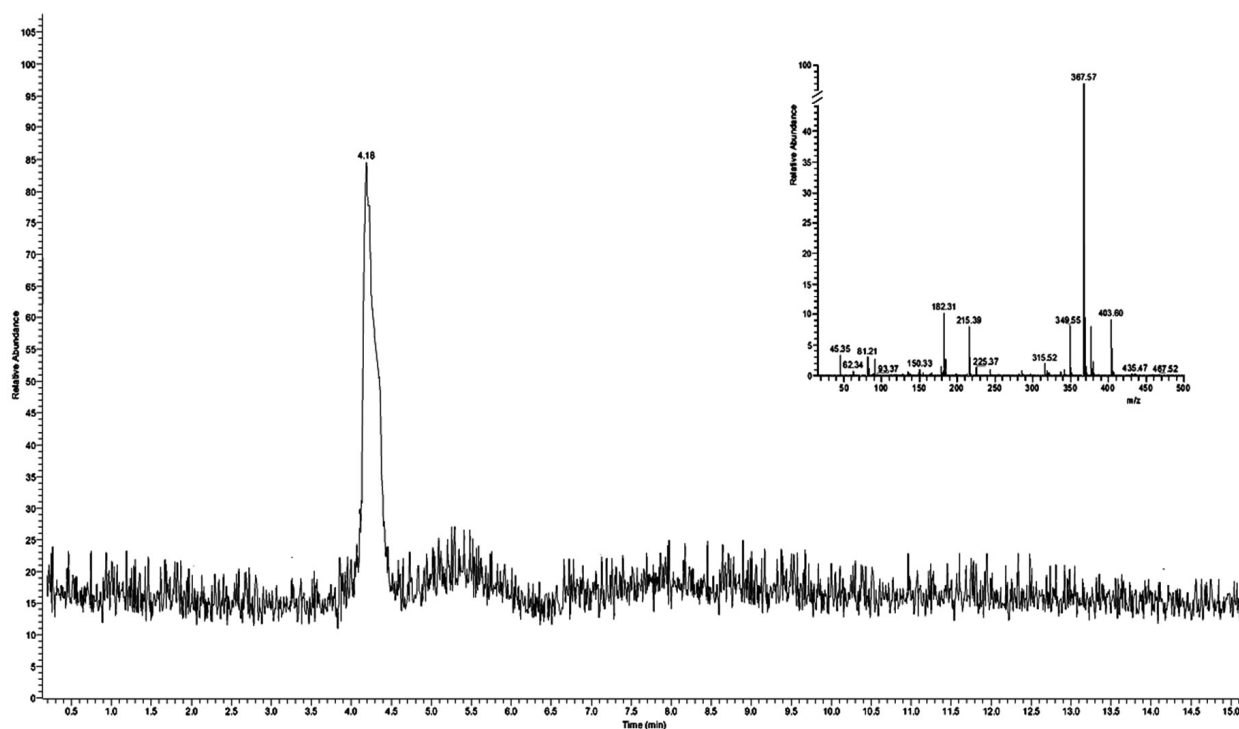


Рис. 2. Хромограмма стандартного образца пиридитола, полученная регистрацией избранного иона с m/z 367. Во внутренней вставке МС/МС пика с временем удерживания 4,18 мин

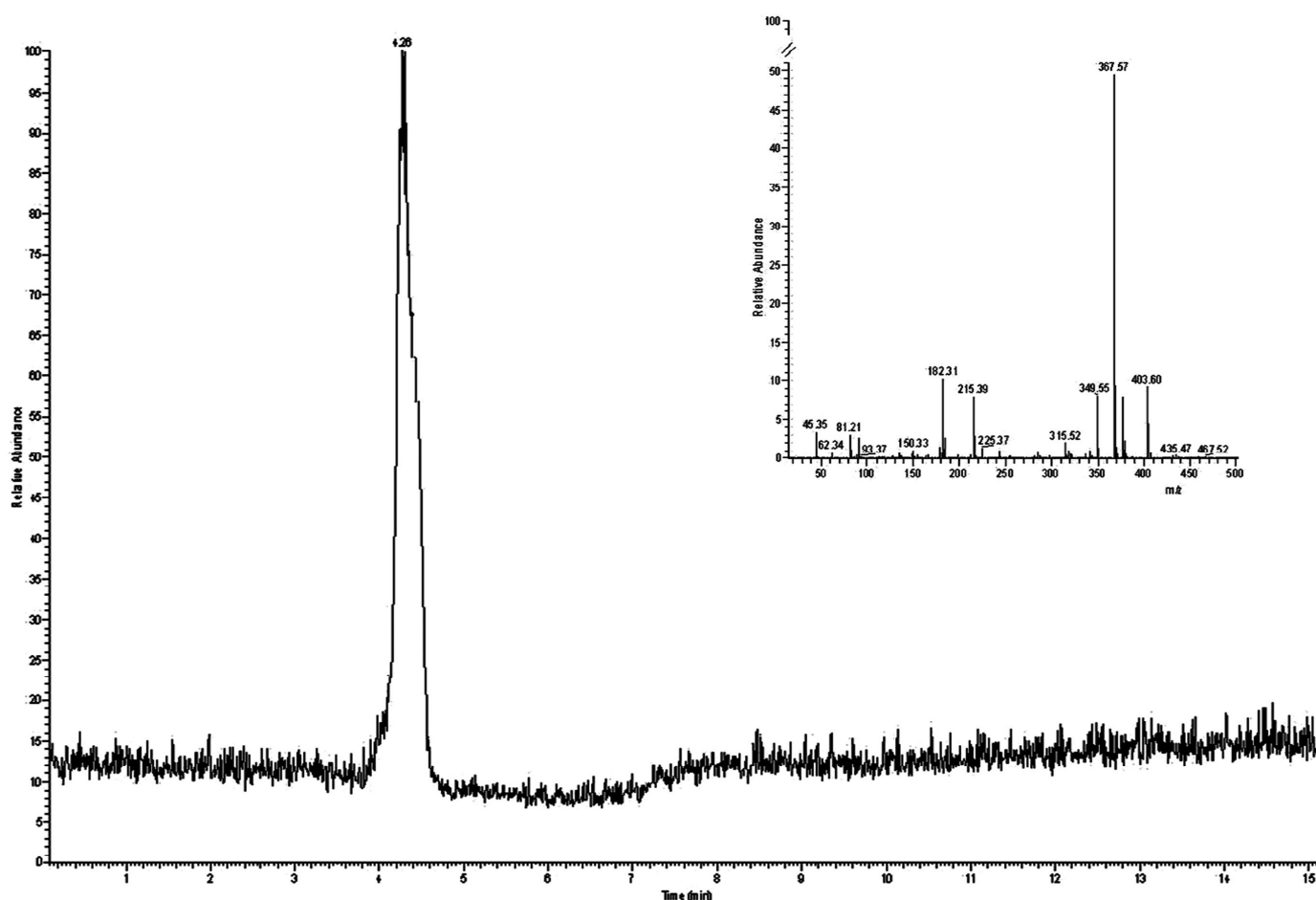


Рис 3. Хроматограмма масляного экстракта чеснока, полученный регистрацией избранного иона с m/z 367. Во внутренней вставке МС/МС пика с временем удерживания 4,26 мин

та, полученного способом мацерации образует-ся пиридитол - бисульфидное соединение витамина B_6 .

Выводы.

1. Разработан метод определения пиридитола, которого образуется в масляном экстракте

чеснока при экстракции с применением ультра высокоэффективной жидкостной хромото-масс-спектрометрии.

2. Изучен масс-спектрометрический распад молекулы пиридитола.

References:

1. M. Romashov. Tselitelnie sili prirodi. Lecheniye chesnokom // Moskva Veche. 2004. - S.39-43.
2. Lavrenova G.V., Lavrenov V.K., Onipko V.D. Travniki: tselitelnie retsepti narodnoy meditsini. - M.: ZAO "OLMA Media Grupp", 2007. - S. 470-472.
3. N.K. Olimov. Analiz seraorganicheskix soyedineniy v chesnochnom masle metodom VEJX. Farmatsevticheskiy jurnal. Vip. 2. 2007. s. 64-66.
4. E. Block, S. Ahmad, J. L. Catalano, M. K. Jain, and R. Apitz-Castro. The chemistry of alkyl thiosulfinate esters. Anti-thrombotic organosulfur compounds from garlic: structural, mechanistic, and synthetic studies // Journal of the American Chemical Society. 1986, -V. 108, P. 7045-7055.
5. Gosudarstvennaya farmakopeya: Vip. 2, 11-e izd., M. 1989, - 400 s.
6. Muxitdinov A.A., Olimov N.K., Aminov S.N., Aliyev X.U. Sarimsoq piyoz moyli ekstraktini olish va son ko'rsatkichlarini aniqlash // "Farmatsiyada ta'lim, fan va ishlab chiqarish integratsiyasi" ilmiy-amaliy anjuman materiallari. - Toshkent, 2011. - B.262.
7. Dadashev M.N. Metod polucheniya chesnochnogo masla /Patent RF 2077227. opubl. 20.04.1997. A-231. 1/22.
8. Shikov A.N., Makarov V.G., Rijkenov V.E. Rastitelnie masla i mashinye ekstrakti: texnologiya, standartizatsiya, svoystva. - M.: Russkiy vrach, 2004. - 264 s.

N.K. Olimov, A.A. Muxitdinov, S.N. Aminov, A.B. Soliyev, A.D. Matchanov

IDENTIFICATION OF PYRIDITOL IN OIL EXTRACT GARLICS METHOD OF HIGH-EFFICIENT CHROMATO-MASS-SPECTROMETRY

*A method has been developed for the determination of pyriditol in the composition of the oil extract of garlic *Allium sativum* L. using ultra high performance liquid chromatography-mass spectrometry. Mass-spectrometric decomposition of the pyriditol molecule was studied.*

Key words: oil extract, pyriditol, identification, standardization, chromatography-mass spectrometry.

Н.Қ. Олимов, А.А. Мухитдинов, С.Н. Аминов, А.Б. Солиев, О.Д. Матчанов

УЛЬТРА ЮҚОРИ САМАРАЛИ СУЮҚЛИК ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ УСУЛИДА САРИМСОҚ ПИЁЗ МОЙЛИ ЭКСТРАКТИ ТАРКИБИДАН ПИРИДИТОЛНИ ИДЕНТИФИКАЦИЯ ҚИЛИШ

*Ультра юқори самарали суюқлик хроматография масс-спектрометрия усули ёрдамида саримсоқ пиёз – *Allium sativum* L. мойли экстракти таркибидаги экстракция жараёнида ҳосил бўладиган пиридитол моддасини аниқлаш усули ишлаб чиқилди. Пиридитол молекуласининг масс-парчаланиш ҳолатлари молекуляр ионлари таҳлил қилинди.*

Таянч иборалар: мойли экстракт, пиридитол, идентификация, стандартлаш, хромато-масс-спектрометрия.

Тошкент фармацевтика институти

ЎзР ФА О.С.Содиқов номли Биоорганик кимё институти

28.12.2017 й.

кабул қилинди

УДК.615.074

М.И. Нурматова М.Н.Нурматова, Д.А.Зулфикоリエва

НУРЕЛЛ-Д, ТОПАЗ ПЕСТИЦИДЛАРИНИ АШЁВИЙ ДАЛИЛЛАРДА ТАҲЛИЛ ҚИЛИШ

Суд кимё амалиётида пестицидлар билан заҳарланишлар кузатилади. Ашёвий далил сифатида ажратиб олинган мурда ички аъзоларидан юпқа қават хроматографик талил жараёни ўтказилиб, Нурелл-Д, Топаз пестицидларини стандарт эритмалари натижалари билан таққосланди. Топаз пестицидини термодисорбцион сирт ионлашув спектроскопик таҳлил шароитлари ўрганилди. Ишлаб чиқилган таҳлил шароитларида биологик объектлардан Нурелл-Д, Топаз пестицидларини аниқлаб олишга эришилди.

Таянч иборалар: Нурелл-Д, Топаз пестицидлари, юпқа қатлам хроматографияси, термодисорбцион сирт ионлашув спектроскопияси, мурда ички аъзолари, экстракция.

Нурелл-Д, Топаз савдо номи билан ишлаб чиқариладиган синтетик пиретроидларга оид пестицидлар бугунги кунда республика кишлок хўжалигида кенг қўламда қўлланилади. Нурелл-Д, Топаз концентрат-эмульсия шаклида ишлаб чиқарилади. Уларнинг асосий таъсир этувчи моддаси: Топазда пенканазол [1-(2,4-дихлор-бета-пропил фенотил)1Н-1,2,4-триазол], Нурелл-Д да эса хлорпирифос [0-(3,5,6-трихлорпиридил-2)- 0,0-диэтилтиофосфат] ва циперметрин [(1RS)-цис,транс-3-(2,2дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбон кислотасининг (RS)-3-фенокси-альфа-цианобензил эфири] [1].

Пенканазол оқ рангли кукун, термик барқарор, органик эритувчиларда яхши, сувда ёмон эрийди.

Циперметрин кучсиз ҳидли сариқ мойсимон суюқлик, сувда эримайди. Органик эритувчиларда яхши эрийди. Термик барқарор ва кам учувчан модда [2].

Хлорпирифосок кристал кукун, суюкланиш ҳарорати 41,5-43,5°C ташкил қилади. Сувда амалда эримайди. Органик эритувчиларда яхши эрийди. Нордон ва нейтрал шароитда барқарор, ишқорий муҳитда парчаланади [3].

Нурелл-Д, Топаз таъсири бўйича кенг спектр-га эга бўлган инсектицид ҳисобланиб, кишлок хўжалигида ўсимлик, дарахт ва буталарни зарар қундалардан ҳимоя қилиш ҳамда меваларни дезинфекция қилиш учун фойдаланилади.

Ушбу моддалар билан заҳарланганда бош оғриғи ва айланиши, чарчаш, қайт қилиш, қоринда оғриқ, хушдан кетиш, асабийлашиш,